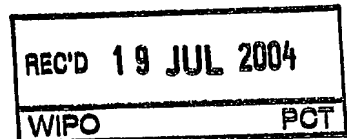




별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

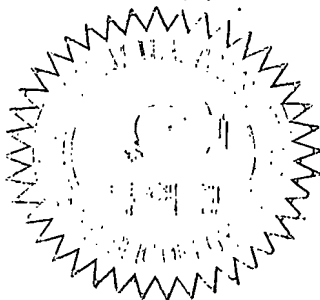
This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.



출원 번호 : 10-2004-0003651  
Application Number

출원 년 월 일 : 2004년 01월 19일  
Date of Application JAN 19, 2004

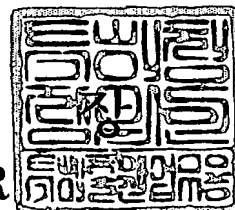
출원인 : 주식회사 엘지화학  
Applicant(s) LG CHEM. LTD.



2004 년 07 월 03 일

특 허 청

COMMISSIONER



**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

## 【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2004.01.19
【발명의 명칭】	균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법
【발명의 영문명칭】	Method for Preparing Microcapsule Having Uniform Size and Morphology with the High Conversion Rate
【출원인】	
【명칭】	주식회사 엘지화학
【출원인코드】	1-2001-013456-3
【대리인】	
【성명】	조인제
【대리인코드】	9-1999-000606-6
【포괄위임등록번호】	2002-060700-2
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이경우
【성명의 영문표기】	LEE, Kyung Woo
【주민등록번호】	520210-1010413
【우편번호】	305-390
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 210-1203
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	하현철
【성명의 영문표기】	HA, Hyun Chul
【주민등록번호】	741019-1122919
【우편번호】	420-031
【주소】	경기도 부천시 원미구 상1동 한아름아파트 1533-901
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	정양승
【성명의 영문표기】	JEONG, Yang Seung
【주민등록번호】	751217-1252227

【우편번호】 402-705  
【주소】 인천광역시 남구 관교동 동아아파트 5-1305  
【국적】 KR  
【심사청구】 청구  
【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인  
조인제 (인)  
【수수료】  
【기본출원료】 26 면 38,000 원  
【가산출원료】 0 면 0 원  
【우선권주장료】 0 건 0 원  
【심사청구료】 20 항 749,000 원  
【합계】 787,000 원

**【요약서】****【요약】**

본 발명은 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법에 관한 것으로, 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제, 유화제, 탈이온수 및 유용성 개시제를 혼합한 후 미니이멀전을 형성시키는 단계; 상기 형성시킨 미니이멀전을 반응기에 투입한 후 핵물질인 소수성 물질을 둘러싼 고분자를 형성하기 위하여 중합반응을 수행하는 단계; 및 상기 중합반응 중에 후투입 개시제를 투입한 후 반응을 더 진행하여 반응을 완료하는 단계; 를 포함하여 이루어지며, 본 발명에 의한 마이크로 캡슐의 제조방법에 의하여 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조할 수 있는 효과가 있다.

**【색인어】**

마이크로 캡슐, 미니이멀전, 유용성 개시제, 후투입 개시제, 전환율

## 【명세서】

## 【발명의 명칭】

균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법{Method for Preparing Microcapsule Having Uniform Size and Morphology with the High Conversion Rate}

## 【발명의 상세한 설명】

## 【발명의 목적】

## 【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<1> 본 발명은 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 소수성 물질을 핵으로 하고, 이를 둘러싸고 있는 고분자를 외벽으로 하는 마이크로 캡슐을 균일한 크기와 형태를 가지면서도 높은 전환율로 제조하기 위하여, 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제, 유화제 및 탈이온수를 혼합하여 유용성 개시제 존재하에 미니이멀전 상태로 중합하는 중에 후투입 개시제를 첨가하여 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법에 관한 것이다.

<2> 마이크로 캡슐은 내부에 존재하는 액체 또는 고체의 분자로 된 핵물질과 핵물질을 둘러싸고 있는 고분자 외벽으로 구성된 수십 나노미터에서 수백 마이크론까지의 입자를 말한다. 상기 핵물질로는 의약품, 향료, 촉매, 염료 등을 들 수 있다. 이러한 마이크로 캡슐은 여러 산업분야에서 응용되고 있다.

<3> 종래의 대표적인 마이크로 캡슐의 제조방법은 고분자를 후처리하여 제조하는 것이다 (Chem. Soc. Rev., 2000, 29, 295). 이는 물에 녹지 않는 고분자와 유기용제, 그리고 내핵에

넣을 물질을 다 섞은 후, 충분히 교반하여 균일하게 하는 절차를 거치고, 넣은 유기용제를 제거하는 방법이다.

<4> 이러한 예로는 진공증류에 의한 용제의 역제를 기술하고 있는 미국특허 제4,384,975호와 증발에 의한 용제의 제거를 기술하고 있는 영국특허 제1,394,780호를 들 수 있다. 그러나, 전자는 다양한 유기물질을 내포하지 못하는 문제점이 있었고, 후자는 마이크로 캡슐의 제조시간이 많이 소요된다는 문제점이 있었다.

<5> 이밖에도 미국특허 제3,891,570호는 고분자 용제를 수용 분산액을 가열하거나 진공에 의하여 제거하는 방법을 게재하고 있고, 미국특허 제3,737,337호는 유기용제를 물로 추출하여 제거하는 방법을 게재하고 있다. 그러나, 이러한 방법은 유기용매의 제거를 통하여 마이크로 캡슐을 제조하는 방법이기 때문에, 낮은 온도에서 휘발하는 물질인 500 Dalton 이하의 작은 분자량의 물질을 캡슐화하는 것은 불가능하여 특정한 시스템에서만 적용 가능하다는 문제점이 있었다.

<6> 마이크로 캡슐의 또 다른 제조방법으로는 외벽을 형성하는 물질을 계면중합을 통하여 제조하는 것이다. 대한민국특허 제0,272,616호는 폴리우레아의 외벽을 제조하는 방법을 게재하고 있다. 그러나, 이러한 방법은 외벽을 이루는 고분자 물질의 종류가 계면중합으로 제조되어야 하기 때문에 그 종류가 한정적이며, 최종 완성된 마이크로 캡슐의 입자크기 분포가 넓고, 입자의 크기는 1 $\mu$ m 이상으로 매우 크며, 반응계의 부피가 커서 얻어지는 양이 적은 문제점이 있었다.

<7> 또한, 미국특허 제5,545,504호는 이종(異種)의 고분자 1 내지 30중량부를 내부에 포함시키는 미니이멀전 중합방법을 게재하고 있다. 이러한 방법은 이종의 고분자 물질인 잉크용 토

너 물질을 고분자 지지체로 이용하여 균일한 크기의 하이브리드 물질을 제조하는 방법이나, 최종 물질 내부에 고분자만을 포함할 수 있다는 문제점이 있었다.

<8> 그리고, PMMA(Poly Metha Acryl Acrylate)와 헥사데칸을 이용하여 마이크로 캡슐을 제조하는 방법(Langmuir, 2001, 17, 908도 알려져 있다. 이러한 방법은 PMMA가 극성인 반면에 헥사데칸은 비극성이기 때문에, 헥사데칸이 PMMA로 완전히 감싸져 내부에 위치하게 되고, PMMA는 물에 분산된 형태로 존재할 수 있음을 이용한 방법이다. 그러나, 이러한 방법은 마이크로 캡슐 내부의 핵물질이 헥사데칸과 같이 물에 대한 용해도가 극히 낮은 물질로 제한되어 그 용도가 제한적인 문제점이 있었다.

<9> 이와 같이 종래에는 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 별도의 후공정 없이 높은 전환율로 제조하는 방법이 없었다.

#### 【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<10> 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여, 본 발명은 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 별도의 후공정 없이 높은 전환율로 제조하는 방법을 제공한다.

<11> 또한, 본 발명은 균일한 크기와 형태를 갖는 마이크로 캡슐을 높은 전환율로 제조하는 방법에 의하여 제조되는 마이크로 캡슐을 제공한다.

<12> 본 발명의 상기 목적 및 기타 목적들은 하기 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

#### 【발명의 구성】

<13> 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제(ultrahydrophobe), 유화제, 탈이온수 및 유용성 개시제를 혼합한 후 미니이멀전

(miniemulsion)을 형성시키는 단계; 상기 형성시킨 미니이멀전을 반응기에 투입한 후 핵물질인 소수성 물질을 둘러싼 고분자를 형성하기 위하여 중합반응을 수행하는 단계; 및 상기 중합반응 중에 후투입 개시제를 투입한 후 반응을 더 진행하여 반응을 완료하는 단계; 를 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법을 제공한다.

- <14> 상기 미니이멀전을 형성시키는 단계에서 혼합되는 성분들의 조성비는 단량체 100중량부에 대하여 소수성 물질 10 내지 100중량부, 가교제 0.1 내지 10중량부, 친수성 공단량체 0.1 내지 10중량부, 강소수제 0.5 내지 10중량부, 유용성 개시제 0.1 내지 3중량부, 및 유화제 0.01 내지 1.0중량부이고, 중합반응을 완료하는 단계에서 후투입 개시제는 0.05 내지 1중량부 일 수 있다.
- <15> 상기 소수성 물질은 단량체와는 상용성이 있고, 생성되는 고분자와는 상용성이 없으며, 소수성 물질과 물과의 계면장력이 최종적으로 외벽을 이루는 고분자와 물과의 계면장력보다 더 큰 물질일 수 있다.
- <16> 상기 소수성 물질은  $C_4 \sim C_{20}$ 의 탄화수소,  $C_4 \sim C_{20}$ 의 탄화수소 이성질체,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에스테르 및  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에스테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에테르, 실리콘 화합물, 천연 오일 및 합성 오일로 이루어진 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.
- <17> 상기 단량체는 라디칼 중합을 할 수 있는 것으로, 불포화 이중결합을 가진 단량체일 수 있다.
- <18> 상기 단량체는 메타크릴레이트 유도체, 아크릴레이트 유도체, 아크릴산 유도체, 메타크릴로니트릴, 에틸렌, 부타디엔, 이소프렌, 스티렌, 스티렌 유도체, 아크릴로니트릴 유도체, 비



닐에스테르 유도체, 할로겐화 비닐 유도체 및 메르캡탄 유도체로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.

<19> 상기 가교제는 주 반응 단량체와 공중합할 수 있는 것으로, 2개 이상의 불포화 결합을 가지고 있는 단량체일 수 있다.

<20> 상기 가교제는 알릴 메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 부탄디올 디아크릴레이트, 부탄디올 디메타크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 디메타크릴레이트, 헥산디올 디메타크릴레이트, 트리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 테트라에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리메타아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라메타크릴레이트 및 디비닐벤젠으로 이루어진 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.

<21> 상기 친수성 공단량체는 주 반응 단량체와의 공중합할 수 있는 것으로, 주 반응 단량체와의 공중합하여 생성되는 고분자의 친수성을 증가시킴으로써 핵물질인 소수성 물질이 고분자 외벽 안에 안정하게 위치하도록 하는 단량체일 수 있다.

<22> 상기 친수성 공단량체는 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 크로톤산, 푸마르산 및 말레인산로 이루어진 군으로부터 선택되는 불포화 카르복실산; 및 이타콘산 모노에틸 에스테르, 푸마르산 모노부틸 에스테르 및 말레인산 모노부틸 에스테르로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1개의 카르복실기를 갖는 불포화 폴리카르복실산 알킬 에스테르; 로 이루어진 군에서 1종 이상 선택될 수 있다.

<23> 상기 강소수제는 25℃에서 물에 대한 용해도가  $5 \times 10^{-6} \text{g/kg}$  이하인 강한 소수성 물질일 수 있다.

- <24> 상기 강소수제는  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 지방족 탄화수소,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 탄소수를 갖는 알킬기로 구성된 아크릴레이트,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 알킬 메르캅탄, 유기 염료, 플루오르네이트드 알칸, 실리콘 오일 화합물, 천연 오일, 합성 오일, 분자량이 1,000~500,000인 올리고머 및 분자량이 1,000~500,000인 고분자로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.
- <25> 상기 유화제는 비이온성 유화제, 양이온성 유화제, 음이온성 유화제 및 양쪽성 유화제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.
- <26> 상기 유용성 개시제는  $25^{\circ}\text{C}$ 에서 물에 대한 용해도가  $0.5\text{g/kg}$  이하인 물질일 수 있다.
- <27> 상기 유용성 개시제는 과산화물, 퍼옥사이드계 개시제, 아조계 개시제 및 산화 환원계 개시제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.
- <28> 상기 미니이멀전을 중합반응시키는 단계에서 중합반응의 온도는  $25$  내지  $160^{\circ}\text{C}$ 이고, 중합반응의 시간은  $3$  내지  $24$ 시간일 수 있다.
- <29> 상기 후투입 개시제는 과산화물, 퍼설파이트계 개시제, 퍼옥사이드계 개시제, 아조계 개시제 및 산화 환원계 개시제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택될 수 있다.
- <30> 상기 중합반응 중에 투입되는 후투입 개시제는 단량체의 고분자 전환율  $50$  내지  $95\%$ 일 때 투입될 수 있다.
- <31> 또한, 본 발명은 상술한 바와 같은 방법에 의하여 제조된 마이크로 캡슐을 제공한다.
- <32> 상기 마이크로 캡슐은 마이크로 캡슐 전체 부피의  $10$  내지  $80\%$ 의 부피를 차지하는 소수성 물질을 내부 핵으로 하고, 내부 핵을 둘러싼 고분자 외벽으로 구성되며,  $100$  내지  $2,500\text{nm}$ 의 크기를 갖는 마이크로 캡슐일 수 있다.
- <33> 이하, 본 발명에 대하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

- <34> 본 발명은 소수성 물질을 핵으로 하고, 단량체, 가교제 및 친수성 공단량체들의 중합에 의하여 형성되며 핵을 둘러싸고 있는 고분자 외벽으로 이루어지는 마이크로 캡슐의 제조방법에 있어서, 강소수제를 첨가하여 단량체를 안정화시켜 단량체 입자에 녹는 소수성 물질을 마이크로 캡슐의 내부에 균일하게 위치하도록 하고, 유용성 개시제 존재하에 중합함으로써 핵을 포함하지 않는 2차 입자의 형성을 억제하여 마이크로 캡슐의 크기와 형태를 균일하게 하며, 특히, 중합반응 후반기에 후투입 개시제를 사용함으로써 단량체의 고분자 전환율을 향상시킴에 특징이 있다.
- <35> 즉, 본 발명에 따른 마이크로 캡슐의 제조방법은 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제, 유화제, 탈이온수 및 유용성 개시제를 혼합한 후 미니이멀전을 형성시키는 단계; 상기 형성시킨 미니이멀전을 반응기에 투입한 후 핵물질인 소수성 물질을 둘러싼 고분자를 형성하기 위하여 중합반응을 수행하는 단계; 및 상기 중합반응 중에 후투입 개시제를 투입한 후 반응을 더 진행하여 반응을 완료하는 단계; 를 포함하여 이루어진다.
- <36> 본 발명에 따라 제조되는 마이크로 캡슐은 고분자로 둘러싸인 내부에 액상 또는 고상과 같은 별도의 상(phase)으로 존재하는 핵물질을 포함하는데, 상기 핵물질을 형성하는 물질이 소수성 물질이다.
- <37> 고분자 내부에 별도의 상으로 존재하기 위해서, 소수성 물질은 단량체와는 상용성이 있고, 생성되는 고분자와는 상용성이 없으며, 소수성 물질과 물과의 계면장력이 최종적으로 외벽을 이루는 고분자와 물과의 계면장력보다 더 큰 물질인 것이 바람직하다. 이러한 소수성 물질은 고분자보다 물에 대한 용해도가 낮은 물질에만 한정되지 않으며, 단량체와 상용성이 있는 대부분의 유기물질이 될 수 있다.

- <38> 소수성 물질의 예로는 헥산, 헵탄, 시클로헥산, 옥탄, 노난, 데칸, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의  $C_4 \sim C_{20}$ 의 지방족 또는 방향족 탄화수소,  $C_4 \sim C_{20}$ 의 탄화수소 이성질체,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에스테르 및  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에스테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에테르, 실리콘 화합물, 천연 오일, 합성 오일 등을 들 수 있다. 상기 소수성 물질들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있으며, 후술되는 강소수제와 같은 물질일 수도 있다.
- <39> 본 발명에서 소수성 물질은 단량체 100중량부에 대하여 10 내지 100 중량부가 바람직하다. 10중량부 미만에서는 내부 핵의 크기가 너무 작아 마이크로 캡슐의 핵으로서의 역할을 하지 못하고, 100중량부를 초과하는 경우에는 내부 핵에 비하여 고분자 외벽이 얇아져 입자의 형태를 유지하기 어렵다.
- <40> 본 발명에 따라 제조되는 마이크로 캡슐은 상기와 같은 핵물질을 둘러싸고 있는 고분자 외벽으로 구성된다.
- <41> 상기 고분자 외벽을 형성하는 단량체로는 라디칼 중합을 할 수 있는 것으로, 불포화 이중 결합을 가진 단량체가 바람직하다. 또한, 생성된 고분자와 물과의 계면장력이 핵물질과 물과의 계면장력보다 작게 하는 단량체가 바람직하다.
- <42> 단량체의 예로는 메타크릴레이트 유도체, 아크릴레이트 유도체, 아크릴산 유도체, 메타크릴로니트릴, 에틸렌, 부타디엔, 이소프렌, 스티렌, 스티렌 유도체, 아크릴로니트릴 유도체, 비닐에스테르 유도체, 할로젠화 비닐 유도체, 메르캅탄 유도체 등을 들 수 있다. 구체적인 예로는 스티렌,  $\alpha$ -메틸 스티렌, p-니트로 스티렌, 에틸비닐벤젠, 비닐나프탈렌, 메틸 메타크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 하이드록시에틸 메타크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 이소부틸 아크릴레이트, 이소부틸 메타크릴레이트, n-헥실 아크릴레이트, n-헥실 메타크릴레이트, 에

에틸헥실 아크릴레이트, 에틸헥실 메타크릴레이트, n-옥틸 아크릴레이트, n-옥틸 메타크릴레이트, 데실 아크릴레이트, 데실 메타크릴레이트, 도데실 아크릴레이트, 도데실 메타크릴레이트, 스테아릴 아크릴레이트, 스테아릴 메타크릴레이트, 사이클로헥실 아크릴레이트, 사이클로헥실 메타크릴레이트, 4-터셔리-부틸사이클로헥실 메타크릴레이트, 벤질 아크릴레이트, 벤질 메타크릴레이트, 페닐에틸 아크릴레이트, 페닐에틸 메타크릴레이트, 페닐프로필 아크릴레이트, 페닐프로필 메타크릴레이트, 페닐노닐 아크릴레이트, 페닐노닐 메타크릴레이트, 3-메톡시부틸 아크릴레이트, 3-메톡시부틸 메타크릴레이트, 부톡시에틸 아크릴레이트, 부톡시에틸 메타크릴레이트, 디에틸렌 글리콜 모노아크릴레이트, 디에틸렌 글리콜 모노메타크릴레이트, 트리에틸렌 글리콜 모노아크릴레이트, 트리에틸렌 글리콜 모노메타크릴레이트, 테트라에틸렌 글리콜 모노아크릴레이트, 테트라에틸렌 글리콜 모노메타크릴레이트, 푸르푸릴 아크릴레이트, 푸르푸릴 메타크릴레이트, 테트라하이드로푸르푸릴 아크릴레이트 및 테트라하이드로푸르푸릴 메타크릴레이트, 아크릴로니트릴, 비닐 아세테이트, 비닐 피발레이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐2-에틸헥사노에이트, 비닐네오노나노에이트, 비닐네오데카노에이트 등을 들 수 있다. 상기 단량체들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있다.

<43> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 외벽의 강도와 내부 물질의 확산을 조절하기 위하여 가교제를 사용한다.

<44>      상기 가교제는 외벽을 형성하는 주 반응 단량체와 공중합할 수 있는 것으로, 2개 이상의 불포화 결합을 가지고 있는 단량체가 바람직하다.

<45> 가교제의 구체적인 예로는 알릴 메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 부탄디올 디아크릴레이트, 부탄디올 디메타크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 디메타크릴레이트, 헥산디올 디메타크릴레이트, 트리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트,

테트라에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트, 펜타에리트리  
를 테트라메타크릴레이트, 디비닐벤젠 등을 들 수 있다. 상기 단량체들은 단독 또는 2종 이상  
혼합되어 사용될 수 있다.

- <46> 본 발명에서 가교제는 단량체 100중량부에 대하여 0.1 내지 10중량부가 바람직하다.  
0.1중량부 미만에서는 입자의 강도가 떨어져 안정한 형태를 유지하기 어렵고, 10중량부를 초과  
하는 경우에는 생산 단가가 높아지게 된다.
- <47> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 주 반응 단량체와의 공중합을 통하여 생성되  
는 고분자의 친수성을 증가시킴으로써 핵물질인 소수성 물질이 고분자 외벽 안에 안정하게 위  
치하도록 하는 친수성 단량체를 사용한다.
- <48> 상기 친수성 단량체는 주 반응 단량체와 공중합할 수 있는 것으로, 주 반응 단량체와의  
상용성이 있는 것이 바람직하다.
- <49> 친수성 단량체의 예로는 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 크로톤산, 푸마르산, 말레인  
산 등의 불포화 카르복실산; 이타콘산 모노에틸 에스테르, 푸마르산 모노부틸 에스테르, 말레  
산 모노부틸 에스테르 등의 적어도 1개의 카르복실기를 갖는 불포화 폴리카르복실산 알킬 에스  
테르; 등을 들 수 있다. 상기 친수성 단량체들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있  
다.
- <50> 본 발명에서 친수성 단량체는 단량체 100중량부에 대하여 0.1 내지 10 중량부가 바람직  
하다. 0.1중량부 미만에서는 고분자 외벽에 친수성을 부여하지 못하여 안정한 코어-셸 구조를  
형성하지 못하고, 10중량부를 초과하는 경우에는 생산 단가가 높아지게 된다.

- <51> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 미니이멀션을 형성시키는 단계에서 단량체 입자의 안정화를 위하여 강소수제를 사용한다. 상기 강소수제가 삼투압을 통하여 단량체를 압정화시키고, 단량체 입자 안에 단량체에 녹는 핵물질을 고분자 입자 내부에 균일하게 위치하도록 하여 최종적인 마이크로 캡슐의 크기와 형태에 균일성을 제공하게 된다.
- <52> 상기 강소수제가 삼투압을 통하여 단량체를 압정화시키기 위해서는 25℃에서 물에 대한 용해도가  $5 \times 10^{-6} \text{g/kg}$  이하인 강한 소수성 물질인 것이 바람직하다.
- <53> 강소수제의 예로는  $C_{12} \sim C_{20}$ 의 지방족 탄화수소,  $C_{12} \sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{12} \sim C_{20}$ 의 탄소수를 갖는 알킬기로 구성된 아크릴레이트,  $C_{12} \sim C_{20}$ 의 알킬 메르캅탄, 유기 염료, 플루오르네이티드 알칸, 실리콘 오일 화합물, 천연 오일, 합성 오일, 분자량이 1,000~500,000인 올리고머, 분자량이 1,000~500,000인 고분자 등을 들 수 있다. 구체적인 예로는 헥사데칸, 헵타데칸, 옥타데칸, 세틸 알코올, 이소프로필 라우레이트, 이소프로필 팔미테이트, 헥실 라우레이트, 이소프로필 미리스테이트, 미리스틸 미리스테이트, 세틸 미리스테이트, 2-옥틸데실 미리스테이트, 이소프로필 팔미테이트, 2-에틸헥실 팔미테이트, 부틸 스테아레이트, 데실 올레에이트 및 2-옥틸도데실올레에이트, 폴리프로필렌 글리콜 모노올레에이트, 네오펜틸 글리콜 2-에틸헥사노에이트, 다가알콜 에스테르 오일, 이소스테아레이트, 트리글리세라이드, 코코 지방산트리글리세라이드, 아몬드 오일, 살구 오일, 아보카도 오일, 테오브로마 오일, 당근 종자유, 캐스터 오일, 감귤류 종자유, 코코넛 오일, 옥수수 오일, 면실유, 오이 오일, 계란 오일, 호호바 오일, 라놀린 오일, 아마인 오일, 팥유, 밍크 오일, 올리브 오일, 팜유, 인유, 복숭아 인유, 땅콩 오일, 평지 종자유, 홍화유, 참깨유, 상어 간유, 대두유, 해바라기 종자유, 스위트 아몬드 오일, 우지, 양 기름, 거북이 기름, 식물성 오일, 고래 기름, 밀 배아유, 유기실리콘, 실록산, n-도데

실 메르캅탄, t-도데실 메르캅탄, 헥사 플루오르 벤젠 등을 들 수 있다. 상기 강소수제들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있다.

<54> 본 발명에서 강소수제는 단량체 100중량부에 대하여 0.5 내지 10중량부가 바람직하다. 0.5중량부 미만에서는 안정한 미니이멀전을 형성하지 못하고, 10중량부를 초과하는 경우에는 중합 이후의 가공 과정에서 불순물로 남을 수 있다.

<55> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 고분자를 형성하기 위한 중합반응의 개시제로서 유용성 개시제를 사용한다. 상기 유용성 개시제가 2차 입자의 형성을 억제시켜서 마이크로 캡슐의 크기와 형태를 균일하게 한다. 2차 입자란 균질화를 통해 형성된 소수성 물질을 포함한 단량체 입자의 중합을 통해 형성된 라텍스 입자가 아닌, 수상에서 단량체의 중합 및 자기 입자화에 의해 형성되는 소수성 물질을 포함하지 않는 입자를 의미한다. 유용성 개시제가 수상이 아닌 단량체 입자 안에만 위치하게 되어, 수상에 소량이나마 녹아 있는 단량체가 개시제와 만나 중합을 일으킬 수 있는 가능성을 억제시켜 2차 입자 형성을 억제시키게 된다.

<56> 상기 유용성 개시제가 2차 입자의 형성을 억제시키기 위해서는 단량체에만 대부분이 녹고, 물에서는 녹지 않는 것이 바람직하다. 따라서, 25℃에서 물에 대한 유용성 개시제의 용해도가 0.5g/kg 이하인 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 0.02g/kg 이하의 용해도를 가진 개시제이다.

<57> 유용성 개시제의 예로는 과산화물, 퍼옥사이드계 개시제, 아조계 개시제, 산화 환원계 개시제 등을 들 수 있다. 상기 유용성 개시제들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있다.



- <58> 본 발명에서 유용성 개시제는 단량체 100중량부에 대하여 0.1 내지 3중량부가 바람직하다. 0.1중량부 미만에서는 중합 속도가 감소하고, 3중량부를 초과하는 경우에는 중합후에 불순물로 작용할 수 있다.
- <59> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 유화제, 탈이온수 및 기타 마이크로 캡슐을 제조하기 위해서 첨가될 수 있는 성분들이 본 발명의 목적을 손상시키지 않는 범위 내에서 첨가될 수 있다.
- <60> 유화제의 예로는 폴리비닐알코올, 폴리옥시에틸렌노닐페닐 등의 비이온성 유화제; 고급 아민할로겐화물, 제사암모늄염, 알킬피리디늄염 등의 양이온성 유화제; 설포네이트, 카르복실산, 석시네이트, 설퍼석시네이트 및 이들의 금속 염류, 예를 들면 알킬벤젠 설포산, 소듐 알킬벤젠 설포네이트, 알킬 설포산, 소듐 알킬설포네이트, 소듐 폴리옥시에틸렌노닐페닐 에테르 설포네이트, 소듐스테아레이트, 소듐 도데실 설페이트, 소듐 라우릴 설페이트, 소듐 도데실 석시네이트, 아비에틴산 등으로 이루어진 음이온성 유화제; 양쪽성 유화제; 등을 들 수 있다. 상기 유화제들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있다.
- <61> 본 발명에서 유화제는 단량체 100중량부에 대하여 0.01 내지 1.0중량부가 바람직하다. 0.01중량부 미만에서는 안정한 미니이멀전을 형성시키지 못하고, 1.0중량부를 초과하는 경우에는 입자의 크기가 작아지며 2차 입자의 형성을 촉진시킨다.
- <62> 본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 단량체, 강소수제, 유용성 개시제, 유화제, 탈이온수 및 기타 첨가제를 혼합한 후 미니이멀전을 형성한다.

- <63>      상기 미니이멀전을 형성하는 방법은 튜랙스(Turrax) 등의 기계적 교반을 수행하는 방법, 초음파 발생기, 마이크로플루어다이저(Microfluidizer), 가울린 호모다이저(Gaulin Homogenizer) 등의 균질화기를 이용하는 방법이 있다.
- <64>      본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 형성된 미니이멀전을 중합반응시킴으로써, 소수성 물질을 핵으로 하며 형성된 고분자를 외벽으로 하는 마이크로 캡슐을 유용성 개시제 존재하에서 제조하게 되는 것이다.
- <65>      상기 중합반응의 온도는 25 내지 160℃인 것이 바람직하고, 중합반응의 시간은 3 내지 24시간인 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 중합반응의 온도가 40 내지 90℃이고, 중합반응의 시간은 4 내지 10시간이다.
- <66>      본 발명의 마이크로 캡슐의 제조방법에서는 단량체의 종류에 따라 유용성 개시제의 사용으로 인하여 전환율이 낮아질 수 있는 문제점을 해결하기 위하여 중합반응 후반기에 후투입 개시제를 투입한다.
- <67>      상기 후투입 개시제의 예로는 과황산 암모늄, 과황산 나트륨, 과황산 칼륨, 과인산 칼륨, 과붕산 나트륨 등의 과산염; 퍼설페이트계 개시제; 과산화수소( $H_2O_2$ ), 디-터셔리-부틸퍼옥사이드, 쿠멘 하이드로퍼옥사이드, 디사이클로헥실 퍼카르보네이트, 터셔리-부틸 히드로퍼옥사이드, p-펜탄 히드로퍼옥사이드 등의 무기 및 유기 퍼옥사이드계 개시제, 아조비스이소부티로니트릴 등의 아조계 개시제 아조계 개시제; 산화 환원계 개시제; 등을 들 수 있다. 상기 후투입 개시제들은 단독 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있다.

- <68>      상기 중합반응 중에 투입되는 후투입 개시제는 단량체의 고분자 전환율 50 내지 95%일 때 투입되는 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 고분자 전환율 65 내지 90%일 때 투입되는 것이다.
- <69>      본 발명에서 후투입 개시제는 단량체 100중량부에 대하여 0.05 내지 1중량부가 바람직하다. 0.05중량부 미만에서는 중합속도가 감소되고, 1중량부를 초과하는 경우에는 중합후에 불순물로 작용할 수 있다.
- <70>      또한, 본 발명은 상술한 바와 같은 방법에 의하여 제조된 마이크로 캡슐을 제공한다.
- <71>      상기 마이크로 캡슐은 마이크로 캡슐 전체 부피의 10 내지 80%, 바람직하게는 30 내지 60%의 부피를 차지하는 소수성 물질을 내부 핵으로 하고, 내부 핵을 둘러싼 고분자 외벽으로 구성되며, 100 내지 2,500nm의 크기를 갖는 마이크로 캡슐이다.
- <72>      이하, 하기의 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하지만, 본 발명의 범위가 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- <73>      실시예 1 내지 3: 후투입 개시제를 사용한 마이크로 캡슐의 제조
- <74>      [실시예 1 내지 3]
- <75>      하기 표 1에 제시한 조성에 따라 각 성분을 균질화기인 마이크로플로다이저 (Microfluidizer)에 투입한 후 미니이멀전을 형성시키고, 형성시킨 미니이멀전을 배치형태로 질소 치환된 중합반응기에 투입한 후, 90 ° C의 온도에서 10시간 동안 중합반응시켰다. 10시간 동안의 중합반응 후에 후투입 개시제를 투입하여 2시간 동안 더 중합반응시킨 후 반응을 종료하여 마이크로 캡슐을 제조하였다.
- <76>      비교예 1 내지 2: 후투입 개시제를 사용하지 않은 마이크로 캡슐의 제조

<77> [비교예 1 내지 2]

<78> 하기 표 1에 제시한 조성에 따라 각 성분을 균질화기인 마이크로플로다이저에 투입한 후 미니이멀전을 형성시키고, 배치형태로 질소 치환된 중합반응기에서 투입한 후, 90 ° C의 온도에서 12시간 동안 중합반응시켜 마이크로 캡슐은 제조하였다.

<79> 여기서, 비교예 1은 개시제로 벤조일 퍼옥사이드를 초기에 투입한 것이고, 비교예 2는 개시제로 포타시움퍼설페이트를 초기에 투입한 것이다.

<80> 시험예: 실시예 및 비교예에서 제조한 마이크로 캡슐의 전환율 및 2차 입자 형성 여부 확인 시험

<81> \* 고분자 전환율 측정: 실시예 1 내지 3 및 비교예 1 내지 2에서 제조한 마이크로 캡슐의 전환율을 측정하여 하기 표 1에 나타내었다.

<82> \* 2차 입자 형성 여부 확인을 위한 원심분리: 실시예 1 내지 3 및 비교예 1 내지 2에서 제조한 마이크로 캡슐을 15,000rpm에서 1시간 동안 원심분리하여 상층부와 하층부를 분리한 후, 상층부의 비율을 하기 표1에 나타내었다. 제조한 마이크로 캡슐을 원심분리하게 되면 소수성 물질을 함유하고 있는 입자는 물보다 밀도가 작아 위로 뜨게 되어 상층부를 형성하게 되고, 소수성 물질을 함유하지 않은 2차 입자는 밀도가 물보다 커서 침전으로 가라 앉게 되므로 이를 통해 2차 입자 형성여부를 알 수 있다.

<83>

【표 1】

구분		실시에			비교예	
		1	2	3	1	2
성 분 (중 량 부)	소수성 물질	아이소옥탄	65	65	65	65
	단량체	스티렌	100	100	100	100
	가교제	부탄디올 디메타크릴레이트	5	5	3	3
	친수성 단량체	메타크릴산	3	3	3	3
	강소수제	헥사데칸	3.6	3.6	3.6	3.6
	유용성 개시제	벤조일퍼옥사이드	0.5	0.5	0.5	X
	후투입 개시제	포타시움퍼설페이트	0.2	0.2	0.4	X (초기 투입)
	유화제	소디움 라우릴설페이트	X	0.3	X	X
		에어로졸OT	0.3	X	0.3	0.3
	탈이온수		200	200	200	200
최종 전환율 (%)		99.87	100	100	89.74	98.25
원심분리 후 상층부의 비율 (%)		98.23	97.98	98.71	98.88	71.41

<84> 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따라 소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제, 유화제 및 탈이온수를 혼합하여 유용성 개시제의 존재하에 미니이멀전 상태로 중합하는 중에, 후투입 개시제를 첨가하여 제조된 실시예 1 내지 3의 마이크로 캡슐은 최종 전환율이 대략 100%임을 알 수 있다. 이는 마이크로 캡슐 제조 후 고분자에 잔류되는 단량체가 거의 없음을 의미하고, 따라서 잔류 단량체를 제거하기 위한 별도의 후공정을 필요로 하지 않는다.

<85> 또한, 실시예 1 내지 3의 마이크로 캡슐은 원심분리 후 상층부의 비율이 높음을 알 수 있다. 이는 유용성 개시제의 존재하에 중합함으로써 핵을 포함하지 않은 2차 입자의 형성을 억제하여 크기와 형태가 균일한 마이크로 캡슐을 제조할 수 있음을 나타낸다.

<86> 이에 비하여, 유용성 개시제인 벤조일퍼옥사이드만을 초기에 첨가하여 제조한 비교예 1은 유용성 개시제의 사용으로 2차 입자 형성율은 낮지만(원심분리 후 상층부의 비율이 높다), 최종 전환율이 낮고, 일반 개시제인 포타시움 퍼설페이트만을 초기에 첨가하여 제조한 비교예 2는 최종 전환율은 높지만, 유용성 개시제를 사용하지 않음으로 인하여 2차 입자 형성율이 매우 높음을 알 수 있다.

【발명의 효과】

<87> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 의한 마이크로 캡슐의 제조방법은 균일한 크기와 형태의 마이크로 캡슐을 별도의 후공정 없이 높은 전환율로 제조할 수 있는 효과가 있는 유용한 발명이다.

<88> 상기에서 본 발명은 기재된 구체예를 중심으로 상세히 설명되었지만, 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

**【특허청구범위】****【청구항 1】**

소수성 물질, 단량체, 가교제, 친수성 공단량체, 강소수제(ultrahydrophobe), 유화제, 탈이온수 및 유용성 개시제를 혼합한 후 미니이멀전(miniemulsion)을 형성시키는 단계;

상기 형성시킨 미니이멀전을 반응기에 투입한 후 핵물질인 소수성 물질을 둘러싼 고분자를 형성하기 위하여 중합반응을 수행하는 단계; 및

상기 중합반응 중에 후투입 개시제를 투입한 후 반응을 더 진행하여 반응을 완료하는 단계;

를 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

**【청구항 2】**

제1항에 있어서,

상기 미니이멀전을 형성시키는 단계에서 혼합되는 성분들의 조성비가 단량체 100중량부에 대하여 소수성 물질 10 내지 100중량부, 가교제 0.1 내지 10중량부, 친수성 공단량체 0.1 내지 10중량부, 강소수제 0.5 내지 10중량부, 유용성 개시제 0.1 내지 3중량부, 및 유화제 0.01 내지 1.0중량부이고, 중합반응을 완료하는 단계에서 후투입 개시제가 0.05 내지 1중량부임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

**【청구항 3】**

제1항에 있어서,

상기 소수성 물질이 단량체와는 상용성이 있고, 생성되는 고분자와는 상용성이 없으며, 소수성 물질과 물과의 계면장력이 최종적으로 외벽을 이루는 고분자와 물과의 계면장력보다 더 큰 물질임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 4】

제1항에 있어서,

상기 소수성 물질이  $C_4 \sim C_{20}$ 의 탄화수소,  $C_4 \sim C_{20}$ 의 탄화수소 이성질체,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 알코올,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에스테르 및  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에스테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 지방족 에테르,  $C_{10} \sim C_{20}$ 의 방향족 에테르, 실리콘 화합물, 천연 오일 및 합성 오일로 이루어진 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 5】

제1항에 있어서,

상기 단량체가 라디칼 중합을 할 수 있는 것으로, 불포화 이중결합을 가진 단량체임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 6】

제1항에 있어서,

상기 단량체가 메타크릴레이트 유도체, 아크릴레이트 유도체, 아크릴산 유도체, 메타크릴로니트릴, 에틸렌, 부타디엔, 이소프렌, 스티렌, 스티렌 유도체, 아크릴로니트릴 유도체, 비닐에스테르 유도체, 할로젠화 비닐 유도체 및 메르캅탄 유도체로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.



## 【청구항 7】

제1항에 있어서,

상기 가교제가 주 반응 단량체와 공중합할 수 있는 것으로, 2개 이상의 불포화 결합을 가지고 있는 단량체임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 8】

제1항에 있어서,

상기 가교제가 알릴 메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 부탄디올 디아크릴레이트, 부탄디올 디메타크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 디메타크릴레이트, 헥산디올 디메타크릴레이트, 트리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 테트라에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리메타아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라메타크릴레이트 및 디비닐벤젠으로 이루어진 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조 방법.

## 【청구항 9】

제1항에 있어서,

상기 친수성 공단량체가 주 반응 단량체와의 공중합할 수 있는 것으로, 주 반응 단량체와의 공중합하여 생성되는 고분자의 친수성을 증가시킴으로써 핵물질인 소수성 물질이 고분자 외벽 안에 안정하게 위치하도록 하는 단량체임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 10】

제1항에 있어서,

상기 친수성 공단량체가 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 크로톤산, 푸마르산 및 말레인산로 이루어진 군으로부터 선택되는 불포화 카르복실산; 및 이타콘산 모노에틸 에스테르, 푸마르산 모노부틸 에스테르 및 말레인산 모노부틸 에스테르로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1개의 카르복실기를 갖는 불포화 폴리카르복실산 알킬 에스테르; 로 이루어진 군에서 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 11】

제1항에 있어서,

상기 강소수제가 25℃에서 물에 대한 용해도가  $5 \times 10^{-6} \text{g/kg}$  이하인 강한 소수성 물질임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 12】

제1항에 있어서,

상기 강소수제가  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 지방족 탄화수소,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 지방족 알코올,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 탄소수를 갖는 알킬기로 구성된 아크릴레이트,  $C_{12}\sim C_{20}$ 의 알킬 메르캅탄, 유기 염료, 플루오르네이티드 알칸, 실리콘 오일 화합물, 천연 오일, 합성 오일, 분자량이 1,000~500,000인 올리고머 및 분자량이 1,000~500,000인 고분자로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

#### 【청구항 13】

제1항에 있어서,

상기 유화제가 비이온성 유화제, 양이온성 유화제, 음이온성 유화제 및 양쪽성 유화제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 14】

제1항에 있어서,

상기 유용성 개시제가 25℃에서 물에 대한 용해도가 0.5g/kg 이하인 물질임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 15】

제1항에 있어서,

상기 유용성 개시제가 과산화물, 퍼옥사이드계 개시제, 아조계 개시제 및 산화 환원계 개시제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 16】

제1항에 있어서,

상기 미니이멀전을 중합반응시키는 단계에서 중합반응의 온도가 25 내지 160℃이고, 중합반응의 시간이 3 내지 24시간임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 17】

제1항에 있어서,

상기 후투입 개시제가 과산화물, 퍼설페이트계 개시제, 퍼옥사이드계 개시제, 아조계 개시제 및 산화 환원계 개시제로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 【청구항 18】

제1항에 있어서,

상기 중합반응 중에 투입되는 후투입 개시제가 단량체의 고분자 전환율 50 내지 95%일 때 투입됨을 특징으로 하는 마이크로 캡슐의 제조 방법.

## 【청구항 19】

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항의 방법에 의하여 제조된 마이크로 캡슐.

## 【청구항 20】

제19항에 있어서,

상기 마이크로 캡슐이 마이크로 캡슐 전체 부피의 10 내지 80%의 부피를 차지하는 소수성 물질을 내부 핵으로 하고, 내부 핵을 둘러싼 고분자 외벽으로 구성되며, 100 내지 2,500nm의 크기를 갖는 마이크로 캡슐임을 특징으로 하는 마이크로 캡슐.